

ČESKÁ TECHNICKÁ NORMA

ICS 81.080 **Duben 2009**

Chemický rozbor žárovzdorných výrobků a surovin obsahujících křemíkový karbid - Část 1: Základní informace a příprava vzorku

ČSN
EN ISO 21068-1
72 6076

idt ISO 21068-1:2008

Chemical analysis of silicon-carbide-containing raw materials and refractory products – Part 1: General information and sample preparation

Analyse chimique des matières premières et des produits réfractaires contenant du carbure de silicium – Partie 1: Informations générales et préparation des échantillons

Chemische Analyse von Siliziumcarbid enthaltenden Rohstoffen und feuerfesten Erzeugnissen – Teil 1: Allgemeine Angaben und Probenvorbereitung

Tato norma je českou verzí evropské normy EN ISO 21068-1:2008. Překlad byl zajištěn Úřadem pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the European Standard EN ISO 21068-1:2008. It was translated by Czech Office for Standards, Metrology and Testing. It has the same status as the official version.

Nahrazení předchozích norem

Touto normou se nahrazuje ČSN 72 6025-1 z 1985-12-13.

Národní předmluva

Informace o citovaných normativních dokumentech

ISO 31-0 zavedena v ČSN ISO 31-0 (01 1300) Veličiny a jednotky – Část 0: Všeobecné zásady

ISO 5022 zavedena v ČSN ISO 5022 (72 6008) Žárovzdorné výrobky tvarové – Odběr vzorků a přejímací zkoušky

ISO 8656-1 zavedena v ČSN ISO 8656 (72 6010) Žárovzdorné výrobky. Odběr vzorků surovin a netvarových výrobků. Systém vzorkování

ISO 12677 zavedena v ČSN EN ISO 12677 (72 6072) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků rentgenovou fluorescenční analýzou – Metoda tavené perly

EN 12698-2 zavedena v ČSN EN ISO 12698-2 (72 6074) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků z karbidu křemíku s nitridovou vazbou – Část 2: XRD metody

ISO 21068-2 zavedena v ČSN EN ISO 21068-2 (72 6076) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků a surovin obsahujících karbid křemíku – Část 2: Stanovení ztráty žíháním, celkového uhlíku, volného uhlíku a karbidu křemíku, celkového a volného oxidu křemičitého a celkového a volného křemíku

Vypracování normy

Zpracovatel: Ing. Jaroslav Kotora, IČ 86923099

Technická normalizační komise: TNK 44 Žárovzdorné materiály a výrobky

Pracovník Českého normalizačního institutu: Ing. Alena Krupičková

EVROPSKÁ NORMA EN ISO 21068-1

EUROPEAN STANDARD

NORME EUROPÉENNE

EUROPÄISCHE NORM Srpen 2008

ICS 81.080

Chemický rozbor žárovzdorných výrobků a surovin obsahujících karbid křemíku - Část 1: Základní informace a příprava vzorku (ISO 21068-1)

Chemical analysis of silicon-carbide-containing raw materials and refractory products -
Part 1: General information and sample preparation
(ISO 21068-1)

Analyse chimique des matieres premieres
et des produits réfractaires contenant du carbure
de silicium -
Partie 1: Informations générales et préparation
des échantillons
(ISO 21068-1)

Chemische Analyse von Siliziumcarbid enthaltenden Rohstoffen
und feuerfesten Erzeugnissen -
Teil 1: Allgemeine Angaben und Probenvorbereitung
(ISO 21068-1)

Tato evropská norma byla schválena CEN 2008-07-11.

Členové CEN jsou povinni splnit Vnitřní předpisy CEN/CENELEC, v nichž jsou stanoveny podmínky, za kterých se musí této evropské normě bez jakýchkoliv modifikací dát status národní normy. Aktualizované seznamy a bibliografické citace týkající se těchto národních norem lze obdržet na vyžádání v Řídicím centru nebo u kteréhokoliv člena CEN.

Tato evropská norma existuje ve třech oficiálních verzích (anglické, francouzské, německé). Verze v každém jiném jazyce přeložená členem CEN do jeho vlastního jazyka, za kterou zodpovídá a kterou notifikuje Řídicímu centru, má stejný status jako oficiální verze.

Členy CEN jsou národní normalizační orgány Belgie, Bulharska, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Španělska, Švédska a Švýcarska.

CEN

**Evropský výbor pro normalizaci
European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation**

Europäisches Komitee für Normung

Řídící centrum: rue de Stassart 36, B-1050 Brusel

© 2008 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoli formě a jakýmikoli prostředky Ref. č.
EN ISO 21068-1:2008 E
jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Obsah

Strana

Předmluva 5

Úvod 6

1 Předmět normy 7

2 Citované normativní dokumenty 8

3 Termíny a definice 9

4 Odběr vzorků a příprava zkušebního vzorku 10

4.1 Všeobecně 10

4.2 Příprava vzorku 10

5 Předběžné analýzy 11

6 Vyjádření výsledků 11

7 Protokol o zkoušce 11

Bibliografie 12

Předmluva

Tento dokument (EN ISO 21068-1:2008) byl vypracován technickou komisí ISO/TC 33 „Žárovzporné materiály a výrobky“ ve spolupráci s technickou komisí CEN/TC 187 „Žárovzporné materiály a výrobky“. Sekretariáty těchto organizací zajišťuje BSI.

Této evropské normě je nutno nejpozději do února 2009 dát status národní normy, a to buď vydáním identického textu, nebo schválením k přímému používání, a národní normy, které jsou s ní v rozporu, je nutno zrušit nejpozději do února 2009.

Upozorňuje se na možnost, že některé části tohoto dokumentu mohou být předmětem patentové ochrany. CEN (a/nebo CENELEC) nebude odpovídat za identifikaci některých nebo všech těchto patentových práv.

Podle Vnitřních předpisů CEN/CENELEC jsou následující země povinny převzít tuto evropskou normu: Belgie, Bulharsko, Česká republika, Dánsko, Estonsko, Finsko, Francie, Irsko, Island, Itálie, Kypr, Litva, Lotyšsko, Lucembursko, Maďarsko, Malta, Německo, Nizozemsko, Norsko, Polsko, Portugalsko, Rakousko, Rumunsko, Řecko, Slovensko, Slovinsko, Spojené království, Španělsko, Švédsko a Švýcarsko.

Oznámení o schválení

Text ISO 21068-1:2008 byl schválen CEN jako EN ISO 21068-1:2008 bez jakýchkoli modifikací.

Úvod

ISO 21068-1 až ISO 21068-3 byly vytvořeny kombinací japonské normy JIS 2011 [2] a normových podkladů, původně vytvořených v rámci CEN. Vzhledem k tomu, že se používá velké množství laboratorního vybavení, jsou popsány ty nejpoužívanější postupy.

ISO 21068-1 až ISO 21068-3 se vztahují na rozbor všech žárovzdorných materiálů podle ISO 10081 [10] (tvarové) a podle ISO 1927 [3] (netvarové) a na suroviny obsahující uhlík a/nebo karbid křemíku. Tato norma tedy pokrývá celý rozsah stanovení od čistého karbidu křemíku po oxidické žárovzdorné sloučeniny s malým obsahem karbidu křemíku a/nebo nitridů. Tato norma poskytuje zejména metodu rozlišení mezi různě vázanými druhy uhlíku, jako celkový uhlík ($C_{\text{celkový}}$) a volný uhlík ($C_{\text{volný}}$) a z těchto dvou hodnot určuje obsah karbidu křemíku.

Pokud je přítomen volný uhlík, obsahují ISO 21068-1 až ISO 21068-3 různé způsoby teplotního zpracování pro gravimetrické určení hmotnostních změn. Vzniklý zbytek se často používá pro další stanovení.

Stanovení dalších skupin analyzovaných látek popsaných v ISO 21068-1 až ISO 21068-3 zahrnuje čisté kovy, volný křemík ($Si_{\text{volný}}$), volný hliník ($Al_{\text{volný}}$), volný hořčík ($Mg_{\text{volný}}$), volné železo ($Fe_{\text{volné}}$) a skupinu oxidů jako hlavní složky až po jejich stopová množství.

ISO 21068-1 až ISO 21068-3 také určují postup stanovení SiO_2 , celkového Si, kyslíku a dusíku a oxidy kovů, které se obvykle v materiálech vyskytují.

Tato norma představuje soupis analytických metod, který se přibližně člení podle složení materiálu. Nicméně záleží ještě na uživateli, který zjistí vhodnost metody, v závislosti na materiálu a na analytických požadavcích.

Nejčastěji používané analytické postupy jako například rentgenová fluorescenční analýza (XRF) a optická emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP OES) mají nevýhodu, že výsledky analýzy jsou nezávislé na chemickém složení. Pro uhlíkaté keramické suroviny a složky poskytuje tato norma analytický postup pro stanovení volného uhlíku, jakož i SiC, za přítomnosti oxidických sloučenin, zvláště SiO_2 .

Vzhledem k rozdílnosti laboratorních přístrojů zahrnují tři části ISO 21068 široce rozšířené analytické postupy, které vykazují ekvivalentní výsledky. Základem je stanovení uhlíku u všech uvedených postupů, které je založeno na odstranění kyslíkem, kdy se za zvýšené teploty uhlík oxiduje. Uhlík se pak stanoví jako CO_2 .

Rovněž jako uhlík uhlíkaté látky je třeba zohlednit volný křemík, hliník a hořčík. Zatímco volný křemík je převážně surovinou, která po výrobním procesu zůstane v surovině jako SiC, je kovový hliník přidáván do uhlíkatých žárovzdorných směsí jako antioxidant.

Především oxidické složky, jako Al_2O_3 , CaO, MgO, TiO_2 , Cr_2O_3 , ZrO_2 a bazické složky se mohou stanovit pomocí XRF podle ISO 12677, ICP-AES nebo mokřím způsobem (viz ISO 26845 [25], ISO 21587 [23] a ISO 21587-3 [24]). Tyto výsledky se mohou korigovat pomocí rovnic uvedených v ISO 21068-1 až ISO 21068-3, se zohledněním hodnot zjištěných při stanovení uhlíku, SiC a kovových složek.

ISO 21068-1 až ISO 21068-3 poskytují rovněž postupy pro kvalitativní a kvantitativní stanovení

obsahu dusíku a kyslíku. Proto se udává jen celkový obsah dusíku a kyslíku, přesné stanovení neuhlíkatých složek (oxidů a nitridů) tak není možné.

ISO 21068-1 až ISO 21068-3 neobsahují postup na kvantitativní rozlišení různých nitridů jako siliciumnitrid, siliciumoxinitrid, SiAlON. Další údaje o stanovení této skupiny složek, viz EN 12698-2.

1 Předmět normy

Tato část ISO 21068 uvádí definice a postupy přípravy vzorků pro chemický rozbor materiálů a žárovzdorných výrobků obsahujících karbid křemíku, včetně

- a. grafitové tvarovky obsahující karbid křemíku;
- b. tvarovky z karbidu křemíku (včetně tvarovek obsahujících karbid křemíku);
- c. žárovzdorné výrobky, které obsahují uhlík a/nebo karbid křemíku smíšený s jílem
- d. žárovzdorné výrobky, které obsahují uhlík a/nebo karbid křemíku smíšený s oxidem křemičitým (a taveným oxidem křemičitým);
- e. žárovzdorné výrobky, které obsahují uhlík a/nebo karbid křemíku smíšený s vysocehlinitým materiálem;
- f. žárovzdorné výrobky, které obsahují uhlík a/nebo karbid křemíku smíšený s oxidem hořečnatým (a dolomitem)
- g. žárovzdorné výrobky, které obsahují uhlík a/nebo karbid křemíku smíšený s chromovou rudou nebo magnezio-chromitým výrobkem;
- h. žárovzdorné výrobky, které obsahují uhlík a/nebo karbid křemíku a nejsou uvedeny pod a) až g);

Předmětem analýz uvedených v ISO 21068-1 až ISO 21068-3 jsou:

1. ztráta sušením (*LOD*);
2. ztráta žíháním (*LOI*);
3. celkový uhlík $C_{\text{celkový}}$;
4. volný uhlík $C_{\text{volný}}$;
5. karbid křemíku SiC;
6. volný křemík ($Si_{\text{volný}}$);
7. volný hliník ($Al_{\text{volný}}$);
8. volný hořčík ($Mg_{\text{volný}}$);
9. volné železo ($Fe_{\text{volné}}$);
10. oxid křemičitý (SiO_2);
11. oxid hlinitý (Al_2O_3);
12. oxid železitý (celkový obsah oxidů železa, vyjádřený jako Fe_2O_3);
13. oxid titaničitý (TiO_2);
14. oxid vápenatý (CaO);
15. oxid hořečnatý (MgO);
16. oxid sodný (Na_2O);
17. oxid draselný (K_2O);
18. oxid chromitý (Cr_2O_3);
19. oxid zirkoničitý (ZrO_2);
20. oxid boritý (celkový obsah oxidů bóru, vyjádřený jako B_2O_3);
21. dusík;
22. kyslík;
23. nitridy (nerozlišují se: Si_3N_4 , AlN, BN, SiAlON, oxinitridy atp.).

Rozsahy stanovení uvedené v této části ISO 21068 jsou vyznačeny v tabulce 1.

Tabulka 1 - Rozsahy stanovení

Složka

**Rozsah
hmotnostních %**

<i>LOI</i>	-10 až 99
$C_{\text{celkový}}$	0,01 až 99
$C_{\text{volný}}$	0,01 až 99
SiC	3 až 99
$Si_{\text{volný}}$	0,1 až 10
$Al_{\text{volný}}$	0,1 až 10
$Fe_{\text{volné}}$	0,1 až 10
$Mg_{\text{volný}}$	0,1 až 10
SiO_2	0,1 až 95
Al_2O_3	0,1 až 95
Fe_2O_3	0,1 až 15
TiO_2	0,1 až 5
CaO	0,1 až 60
MgO	0,1 až 95
Na_2O	0,1 až 5
K_2O	0,1 až 5
Cr_2O_3	0,1 až 40
ZrO_2	0,1 až 1
B_2O_3	0,1 až 5
B_2O_3	0,1 až 5
Si_3N_4	0,1 až 35

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.